

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08117578 A**(43) Date of publication of application: **14 . 05 . 96**

(51) Int. Cl.

B01F 3/08
B01J 13/00
B02C 7/175
C08L101/00
D21H 17/62

(21) Application number: **06255481**(22) Date of filing: **20 . 10 . 94**(71) Applicant: **NITTETSU MINING CO LTD**

(72) Inventor:
MATAGAWA KYOSUKE
YAMAGUCHI MASATSUGU
MITSUZUKA HIROTAKE
KADOTA TOKUMITSU

(54) **METHOD AND APPARATUS FOR MAKING**
AQUEOUS EMULSION OF THERMOPLASTIC
RESIN

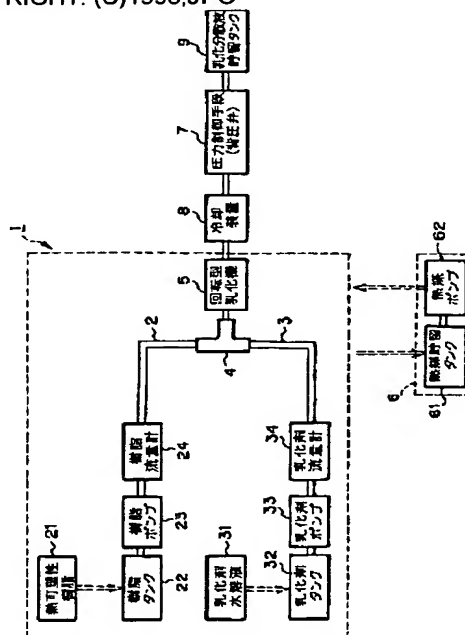
(57) Abstract:

PURPOSE: To enable the inexpensive mass production of a high quality aqueous emulsion by a method in which an organic solvent is not used and resin particles are atomized.

CONSTITUTION: An apparatus is concerned in which a raw material flow in which a thermoplastic resin and an aqueous solution of an emulsifier is mixed in a specified ratio is formed by combining a thermoplastic resin flow and an emulsifier aqueous solution flow, and the raw material flow is emulsified and dispersed by a rotary emulsification machine 5. The apparatus is equipped with a temperature control means 6 which adjusts the temperatures of the raw material flow, etc., so that an average temperature of the raw material flow is maintained at a temperature of the softening point of the thermoplastic resin or above from a point of time when the thermoplastic resin flow and the emulsifier aqueous solution flow are combined to a point of time when the combined flow comes out from a rotary emulsification machine 5 and a pressure control means 7 which adjusts the pressure of the raw material flow so that water in the raw material flow is prevented from

boiling at a temperature of the raw material flow which is set by the temperature control means 6.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-117578

(43)Date of publication of application : 14.05.1996

(51)Int.Cl.

B01F 3/08
B01J 13/00
B02C 7/175
C08L101/00
D21H 17/62

(21)Application number : 06-255481

(71)Applicant : NITTETSU MINING CO LTD

(22)Date of filing : 20.10.1994

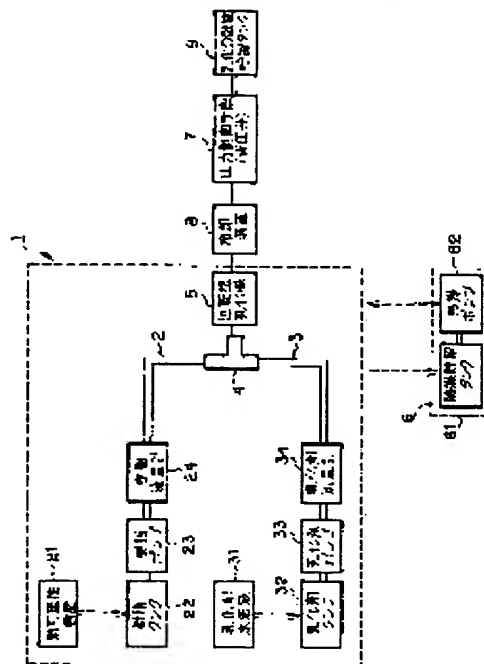
(72)Inventor : MATAGAWA KYOSUKE
YAMAGUCHI MASATSUGU
MITSUZUKA HIROTAKE
KADOTA TOKUMITSU

(54) METHOD AND APPARATUS FOR MAKING AQUEOUS EMULSION OF THERMOPLASTIC RESIN

(57)Abstract:

PURPOSE: To enable the inexpensive mass production of a high quality aqueous emulsion by a method in which an organic solvent is not used and resin particles are atomized.

CONSTITUTION: An apparatus is concerned in which a raw material flow in which a thermoplastic resin and an aqueous solution of an emulsifier is mixed in a specified ratio is formed by combining a thermoplastic resin flow and an emulsifier aqueous solution flow, and the raw material flow is emulsified and dispersed by a rotary emulsification machine 5. The apparatus is equipped with a temperature control means 6 which adjusts the temperatures of the raw material flow, etc., so that an average temperature of the raw material flow is maintained at a temperature of the softening point of the thermoplastic resin or above from a point of time when the thermoplastic resin flow and the emulsifier aqueous solution flow are combined to a point of time when the combined flow comes out from a rotary emulsification machine 5 and a pressure control means 7 which adjusts the pressure of the raw material flow so that water in the raw material flow is prevented from boiling at a temperature of the raw material flow which is set by the temperature control means 6.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-117578

(43) 公開日 平成8年(1996)5月14日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 F 3/08	A			
B 0 1 J 13/00	A			
B 0 2 C 7/175				
C 0 8 L 101/00	L T B			
D 2 1 H 17/62				

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全 10 頁)

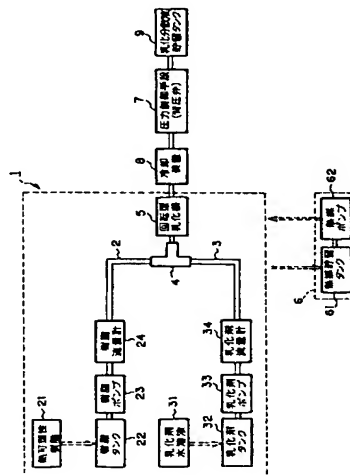
(21) 出願番号	特願平6-255481	(71) 出願人	000227250 日鉄鉱業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目3番2号
(22) 出願日	平成6年(1994)10月20日	(72) 発明者	俣川 恭輔 東京都西多摩郡日の出町平井字欠下2番1号 日鉄鉱業株式会社内
		(72) 発明者	山口 雅嗣 東京都西多摩郡日の出町平井字欠下2番1号 日鉄鉱業株式会社内
		(72) 発明者	三塚 広貴 東京都西多摩郡日の出町平井字欠下2番1号 日鉄鉱業株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 萩野 平 (外3名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法及び装置

(57) 【要約】

【目的】 有機溶媒を使用せずに樹脂粒子を高度に微細化して、高品位の水系乳化分散液を安価に量産可能にすること。

【構成】 熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を作成し、この原料流を回転型乳化機5で乳化分散させる装置1において、熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から回転型乳化機5を出る時点まで、原料流の平均温度が熱可塑性樹脂の軟化点以上の温度に維持されるように原料流等の温度を調整する温度制御手段6と、前記温度制御手段6で設定された原料流の温度において原料流中の水が沸騰しないように原料流の圧力を調整する圧力制御手段7とを装備した構成。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 熱可塑性樹脂を軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂流と界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液流とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を形成し、該原料流を回転型乳化機に供給して該回転型乳化機における剪断作用等で原料中の樹脂粒子を微粒子化して乳化状態とし、該回転型乳化機で乳化処理後の原料流を所定温度に冷却することによって含有する樹脂粒子が所定の粒子径に微粒子化された乳化分散液を得る熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法であって、

前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流によって形成される原料流は、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで、平均温度が前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように温度調整するとともに、調整した温度環境で原料中の水が沸騰しないように加圧制御することを特徴とする熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法。

【請求項2】 前記回転型乳化機は、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が円盤状の基板部の上に同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌合する破碎歯を環状に並べた破碎歯列が前記固定子上の破碎歯列の配列に対応して円盤状の基板部の上に同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備するとともに、前記固定子および回転子上の各破碎歯列における隣接する破碎歯間の原料挿通溝は外周側の歯列ほど小さく設定され、前記固定子と回転子との間を中心から外周に向けて原料を流すことによって、原料中の樹脂粒を微細化して、乳化分散液を得る構成をなしていることを特徴とする請求項1に記載の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法。

【請求項3】 熱可塑性樹脂を軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂を一定流量で供給する樹脂供給路と、界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液を一定流量で供給する乳化剤水溶液供給路と、前記樹脂供給路と乳化剤水溶液供給路とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を生成・供給する混合供給路と、該混合供給路から供給される原料中の樹脂粒子を剪断作用等で微粒子化して乳化分散状態とする回転型乳化機と、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで原料流体の平均温度が前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように原料流および熱可塑性樹脂流および乳化剤水溶液流の温度を調整する温度制御手段と、前記温度制御手段で設定された原料流の温度において原料流中の水が沸騰しないように前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳

化機を出る時点まで原料流の圧力を調整する圧力制御手段と、前記回転型乳化機を出た原料流を冷却する冷却手段とを具備した熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置。

【請求項4】 前記回転型乳化機は、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が円盤状の基板部の上に同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌合する破碎歯を環状に並べた破碎歯列が前記固定子上の破碎歯列の配列に対応して円盤状の基板部の上に同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備するとともに、前記固定子および回転子上の各破碎歯列における隣接する破碎歯間の原料挿通溝は外周側の歯列ほど小さく設定され、前記固定子と回転子との間を中心から外周に向けて原料を流すことによって、原料中の樹脂粒を微細化して、乳化分散液を得る構成をなしていることを特徴とする請求項3に記載の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置。

【請求項5】 前記温度制御手段は、前記樹脂供給路や乳化剤水溶液供給路や混合供給路や回転型乳化機のそれぞれに熱媒を流すジャケットを装備した構成とし、熱媒の温度調整や流量調整によって原料流の温度を調整する構成としたことを特徴とする請求項3または4に記載の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置。

【請求項6】 前記圧力制御手段として、前記冷却手段の後段に装備されて前記回転型乳化機内等の原料流の圧力を制御する背圧弁を用いたことを特徴とする請求項3乃至5のいずれかに記載の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、水に溶解しない熱可塑性の合成樹脂または天然樹脂を水中に微粒子として乳化分散させてなる熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法及び装置に関するもので、詳しくは、例えば、製紙工程において紙の内添材として使用されるロジンサイズ剤等の製造に適した熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法及び装置に係るものである。

【0002】

【従来の技術】 これまで、水に溶解しない熱可塑性の合成樹脂または天然樹脂を水中に微粒子として乳化分散させてなる熱可塑性樹脂の水系乳化分散液を製造する方法としては、特開平06-107903号公報に開示されているように、熱可塑性樹脂を溶解する有機溶媒を使用する方法が広く活用されてきた。

【0003】 この製造方法は、乳化分散液とすべき熱可塑性樹脂を予め適当な有機溶剤に溶かして樹脂溶液としておく。そして、界面活性剤を含有させた乳化剤水溶液に前記樹脂溶液を混合した原料液を作る。そして、この原料液を超高圧ポンプを用いて高圧乳化機内に圧入する。前記超高圧ポンプによる加圧は、通常、下限は10

0～1000 kgf/cm²G、上限は、時には2000 kgf/cm²Gにも及ぶ。

【0004】前記高圧乳化機は、前記超高压ポンプで加圧された原料液をシリンダとプランジャとの間の間隙に通過させ、通過後に圧力が開放される際に乳化剤の作用によって樹脂を微粒子化した乳化状態とするものである。そして、乳化状態とした原料液を減圧して有機溶媒を除去すると、固体化した熱可塑性樹脂の微粒子が水中に乳化分散した熱可塑性樹脂の水系乳化分散液が得られることになる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】ところが、有機溶媒を使用する従来の製造方法は、高圧乳化機による乳化処理後に原料液から有機溶媒を除去する有機溶媒回収装置が高額になるとともに、運転コストが嵩み、また、該有機溶媒回収装置の設置のために設備が大型化してしまうという難点があり、結局、水系乳化分散液の製造コストの増大を招くという問題があった。

【0006】また、シリンダとプランジャとの間の間隙に加圧した原料液を通過させる従来の高圧乳化機の場合、乳化すべき樹脂粒子をより微粒子化するには、前記シリンダとプランジャとの間の間隙を高精度に微細化しておく必要があり、シリンダやプランジャの加工にコストがかかり、装置コストの増大を招くという問題があった。しかも、高圧の原料液との接触によってプランジャが摩耗し易く、このプランジャの摩耗によって乳化性能が低下し易いという問題もあった。

【0007】そして、最近では、労働安全衛生上から有機溶媒の使用の低減が叫ばれており、その点からも、有機溶媒を使用せずに済む製造方法の開発が望まれていた。

【0008】このような背景から、乳化機として既存のハレル型ホモジナイザーやコロイドミル等を使用して、有機溶媒を使用せずに、機械的な剪断力等によって樹脂粒子を微細化して乳化分散させる方法も検討されている。しかし、既存のハレル型ホモジナイザーやコロイドミル等は、いずれも、固定子と回転子とを微小間隔で対峙させ、回転子を回転駆動しながらこれらの固定子と回転子との間に原料を供給し、回転子の回転力によって原料に作用する主に剪断力によって原料中の樹脂粒子を微細化するもので、回転子と固定子との加工精度等の制限から、樹脂粒子を高度に微細化することが困難であると同時に、また、処理量を増大させるための大型化が困難であるという問題もあった。

【0009】そこで、本発明の目的は上記課題を解消することであり、有機溶媒を使用せずに樹脂粒子を高度に微細化することができ、しかも、乳化機その他の設備費や運転コストの低減に適すると同時に、処理量を増大させるための大型化にも比較的容易に応じることができ、高品位の水系乳化分散液を安価に量産することが可

能な熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法及び装置を提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明の上記目的は、熱可塑性樹脂を軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂流と界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液流とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を形成し、該原料流を回転型乳化機に供給して該回転型乳化機における剪断作用等で原料中の樹脂粒子を微粒子化して乳化状態とし、該回転型乳化機で乳化処理後の原料流を所定温度に冷却することによって含有する樹脂粒子が所定の粒子径に微粒子化された乳化分散液を得る熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法であって、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流によって形成される原料流は、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで、平均温度が前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように温度調整するとともに、調整した温度環境で原料中の水が沸騰しないように加圧制御することを特徴とする熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法により達成される。

【0011】また、上記の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法において、前記回転型乳化機は、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が円盤状の基板部の上に同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌合する破碎歯を環状に並べた破碎歯列が前記固定子上の破碎歯列の配列に対応して円盤状の基板部の上に同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備するとともに、前記固定子および回転子上の各破碎歯列における隣接する破碎歯間の原料挿通溝は外周側の歯列ほど小さく設定され、前記固定子と回転子との間を中心から外周に向けて原料を流すことによって、原料中の樹脂粒を微細化して、乳化分散液を得る構成をとっても、上記目的を達成することができるものである。

【0012】また、本発明の上記目的は、熱可塑性樹脂を軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂を一定流量で供給する樹脂供給路と、界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液を一定流量で供給する乳化剤水溶液供給路と、前記樹脂供給路と乳化剤水溶液供給路とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を生成・供給する混合供給路と、該混合供給路から供給される原料中の樹脂粒子を剪断作用等で微粒子化して乳化分散状態とする回転型乳化機と、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで原料流体の平均温度が前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように原料流および熱可塑性樹脂流および乳化剤水溶液流の

温度を調整する温度制御手段と、前記温度制御手段で設定された原料流の温度において原料流中の水が沸騰しないように前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで原料流の圧力を調整する圧力制御手段と、前記回転型乳化機を出た原料流を冷却する冷却手段とを具備した熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置により達成される。

【0013】また、上記の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置において、前記回転型乳化機は、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が円盤状の基板部の上に同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌合する破碎歯を環状に並べた破碎歯列が前記固定子上の破碎歯列の配列に対応して円盤状の基板部の上に同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備するとともに、前記固定子および回転子上の各破碎歯列における隣接する破碎歯間の原料挿通溝は外周側の歯列ほど小さく設定され、前記固定子と回転子との間を中心から外周に向けて原料を流すことによって、原料中の樹脂粒を微細化して、乳化分散液を得る構成としても、上記目的を達成することができるものである。

【0014】さらに、上記の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置において、前記温度制御手段は、前記樹脂供給路や乳化剤水溶液供給路や混合供給路や回転型乳化機のそれぞれに熱媒を流すジャケットを装備した構成とし、熱媒の温度調整や流量調整によって原料流の温度を調整する構成としても、上記目的を達成することができるものである。

【0015】また、上記の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置において、前記圧力制御手段として、前記冷却手段の後段に装備されて前記回転型乳化機内等の原料流の圧力を制御する背圧弁を用いた構成としても、上記目的を達成することができるものである。

【0016】

【作用】本発明の上記構成によれば、熱可塑性樹脂は、有機溶媒には溶かさず、加熱して粘度を低下させただけで乳化剤水溶液と混合して原料として、回転型乳化機に供給し、該回転型乳化機における剪断作用等で原料中の樹脂粒子を微粒子化して乳化状態とするため、装置コストや運転コストを増大させる要因となる有機溶媒回収装置が必要とならない。

【0017】しかも、回転型乳化機に供給する原料は、含有する熱可塑性樹脂の軟化点以上に平均温度が維持され、かつ、原料中の水が沸騰しないように圧力を高めた状態に保たれるなど、前記回転型乳化機による乳化処理が効率良く作用するように原料の性状が管理されて、回転型乳化機内で原料中の水の沸騰に起因するキャビテーション等の不都合の発生が防止されるため、回転型乳化機の持つ乳化処理性能を十分に発揮させることができる。

【0018】そして、前記回転型乳化機として、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌合する破碎歯を環状に並べた破碎歯列が前記固定子上の破碎歯列の配列に対応して同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備した構成の回転型乳化機を使用した場合には、相対回転する固定子および回転子の多数の破碎歯によって、樹脂粒子には高剪断力が作用すると同時に高周波的压力変動が作用し、これらの高剪断力と高周波的压力変動とのそれぞれが樹脂粒子の微粒子化に効果的に働き、固定子と回転子との間における原料の流れる間隙等を微細化しなくとも、十分に高度な微粒子化を実現させることが可能になる。そして、このことは、従来の装置と比較して、同程度の微粒子化を行うなら、固定子と回転子の加工精度や組み付け精度を緩和させることができることを意味し、また、処理能力を向上させることができることを意味する。また、前記固定子や回転子は、各破碎歯列毎に独立したリング状部材を連結して一体化した構造とすれば、固定子や回転子を比較的に簡単かつ安価に大型化して処理量を増大させることができる。

【0019】したがって、上記構成の製造方法および装置によれば、有機溶媒を使用せずに樹脂粒子を高度に微細化することができ、しかも、乳化機その他の設備費や運転コストの低減に適すると同時に、処理量を増大させるための大型化にも比較的に容易に応じることが可能になり、高品位の水系乳化分散液を安価に量産することが可能になる。

【0020】

【実施例】図1は、本発明に係る熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置の一実施例の概略構成を示したものである。

【0021】この図1に示すように、本発明の一実施例の製造装置1は、軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂を一定流量で供給する樹脂供給路2と、界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液を一定流量で供給する乳化剤水溶液供給路3と、前記樹脂供給路2と乳化剤水溶液供給路3とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を生成・供給する混合供給路4と、該混合供給路4から供給される原料中の樹脂粒子を剪断作用等で微粒子化して乳化分散状態とする回転型乳化機5と、前記混合供給路4による前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機5を出る時点まで原料流体の平均温度が前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように原料流および熱可塑性樹脂流および乳化剤水溶液流の温度を調整する温度制御手段6と、前記温度制御手段6で設定された原料流の温度において原料流中の水が沸騰しないように前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流と

の合流開始時点から前記回転型乳化機を出る時点まで原料流の圧力を調整する圧力制御手段7と、前記回転型乳化機5を出た原料流を冷却する冷却手段8と、該冷却手段8で所定温度に冷却された熱可塑性樹脂の水系乳化分散液を貯留しておく乳化分散液貯留タンク9とで構成されている。

【0022】ここに、前記樹脂供給路2には、軟化点以上の適宜温度に初期加熱されて粘度を所定以下にした熱可塑性樹脂21を貯留しておく樹脂タンク22と、該樹脂タンク22内の熱可塑性樹脂を一定流量で前記樹脂供給路2に送出する樹脂ポンプ23と、前記樹脂ポンプ23の吐出流量を制御するために前記樹脂供給路2内を流れる熱可塑性樹脂流の流量を検出する樹脂流量計24とが装備されていて、軟化点以上の適宜温度に加熱されて粘度が所定以下に設定された熱可塑性樹脂を一定流量で供給可能にされている。

【0023】前記乳化剤水溶液供給路3には、界面活性剤を含むとともに水の沸点以下の適宜温度に初期加熱された乳化剤水溶液31を貯留しておく乳化剤タンク32と、該乳化剤タンク32内の乳化剤水溶液31を一定流量で前記乳化剤水溶液供給路3に送出する乳化剤ポンプ33と、前記乳化剤ポンプ33の吐出流量を制御するために前記乳化剤水溶液供給路3内を流れる乳化剤水溶液の流量を検出する乳化剤流量計34とが装備されていて、水の沸点以下の適宜温度に加熱された乳化剤水溶液を一定流量で供給可能にされている。

【0024】前記混合供給路4は、前記樹脂供給路2と乳化剤水溶液供給路3とを合流させて前記回転型乳化機5の原料供給口に導くもので、例えば、T継手等を適宜改良した構成をなしている。

【0025】前記回転型乳化機5は、この一実施例の場合は、図2および図3に示したように、円筒状をなしたケース本体51内に、略円盤状をなす固定子52と回転子53とを円盤の中心軸を一致させて対向配置している。そして、前記固定子52は、破碎歯520を環状に並べた破碎歯列521が円盤状の基板部の上に同心円状に3列に配列された構成をなしている。また、前記固定子52の中心部には、前記ケース本体51を貫通して混合供給路4に連通させられる原料供給口54が開設されている。

【0026】一方、前記回転子53は、前記固定子52の隣接する破碎歯列521間の環状溝に嵌合する破碎歯530を環状に並べた破碎歯列531が前記固定子52上の破碎歯列521に対応して円盤状の基板部の上に同心円状に4列に配列された構成をなしている。そして、この回転子53の中心部には、図2に示したように、図示略の回転駆動手段（例えば、モータ等）によって回転駆動される駆動軸55が、前記ケース本体51を回転自在に貫通して連結されている。

【0027】また、図3に示すように、前記固定子52

および回転子53において、隣接する破碎歯列521、531間の環状溝および、各破碎歯列521、531において円周方向に隣接する破碎歯520、530間の溝523、533は、いずれも原料流の流路となる原料挿通溝として機能する。また、前記ケース本体51の外周部には、乳化処理後の原料流を排出する原料排出口56が装備されている。

【0028】なお、前記固定子52および回転子53上の各破碎歯列521、531において円周方向に隣接する破碎歯520、530間の原料挿通溝523、533は、外周側の歯列ほど小さく設定されている。また、図示はしていないが、これらの52および回転子53は、各破碎歯列521、531を提供する複数のリング状部材を嵌着させたもので、構成要素となる一つのリング状部材が、一つの破碎歯列を提供している。このように、各破碎歯列ごとに分割して製作することによって、隣接する破碎歯間のピッチが異なった破碎歯列が同心円状に配列された構造を、簡単に且つ安価に製造することが可能になる。

【0029】このような構成をなす回転型乳化機5において、中心部に配置された原料供給口54から供給される原料流は、図3に実線の矢印で示すように、固定子52および回転子53に突設された破碎歯520、530間の原料挿通溝を通してケース本体51の外周部の原料排出口56に流れるが、原料供給口54から原料排出口56まで流れる間に、前記回転子53の回転によって発生する高剪断力と高周波的压力変動に晒されて、これらの高剪断力と高周波的压力変動と乳化剤中の界面活性剤との相乗作用によって、原料流中の樹脂粒子が効果的に微粒子化されて乳化分散される。

【0030】前記温度制御手段6は、前記樹脂供給路2や乳化剤水溶液供給路3や混合供給路4や回転型乳化機5のそれぞれに、熱媒を流すジャケット（図示略）を装備し、所定の温度に調整された熱媒貯留タンク61内の熱媒を熱媒ポンプ62によってそれぞれのジャケット内に圧送するようにしたもので、熱媒貯留タンク61内の熱媒の温度調整や流量調整によって、樹脂供給路2内の熱可塑性樹脂流の温度、乳化剤水溶液供給路3内の乳化剤水溶液の温度、混合供給路4および回転型乳化機5内の原料流の温度を所望温度に保つものである。本願発明者等は、温度制御手段6として最適な加熱手段を見つけるために、電気加熱等、公知の種々の加熱方法を検討した。その結果、上述のような装置構成では、各供給路や回転型乳化機をジャケットで被覆した2重管構造として、流路の外側に熱媒（加熱蒸気や、加熱油など）を流す方法が、加熱速度の点、温度保持の容易性、温度分布の均一化、運転コストの経済性等の点で優れていることを確認して、上記のように、温度制御手段6は熱媒を使用する方式にした。前記樹脂タンク22に供給する熱可塑性樹脂の初期加熱、および乳化剤タンク32に供給す

る乳化剤水溶液の初期加熱は、前記温度制御手段6とは別の熱源を使用してもよく、また、前記温度制御手段6を利用するようにしてもよい。

【0031】前記圧力制御手段7は、この一実施例の場合は、前記冷却手段8の後段に装備されて前記回転型乳化機5および混合供給路4内の原料流の圧力を制御する背圧弁である。

【0032】前記冷却手段8は、前記回転型乳化機5から排出された乳化処理済の高温の原料流（既に、水系乳化分散液となっている）を、大気圧状態における水の沸点以下の温度に冷却し、該冷却手段8の後段に配備されている圧力制御手段7によって原料流の圧が大気圧まで低下した際の原料流中の水の沸騰を防止する。実際には、この冷却手段8は、前記回転型乳化機5の排出した原料流を、前記乳化分散液貯留タンク9における貯蔵温度まで冷却する。冷却のための機構は、公知の熱交換機構が利用される。

【0033】本発明に係る熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法は、上記の水系乳化分散液の製造装置1を用いて行うものである。以下に、その製造方法について説明する。

【0034】予め、初期加熱によって軟化点以上に加熱して粘度を所定以下に低下させた熱可塑性樹脂21を前記樹脂タンク22に貯留させるとともに、初期加熱によって大気圧環境における水の沸点以下に加熱した乳化剤水溶液を乳化剤タンク32に貯留させておく。

【0035】そして、前記樹脂ポンプ23および乳化剤ポンプ33を稼働させて、軟化点温度以上に加熱されている熱可塑性樹脂を予め定めた一定流量で樹脂供給路2に流すとともに、水の沸点以下の適宜温度（できるだけ高温が望ましい）に加熱されている乳化剤水溶液を予め定めた一定流量で乳化剤水溶液供給路3に流して、前記混合供給路4により、熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流とを合流させて熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液とが所定の比率で混合した原料流を形成し、該原料流を回転型乳化機5に供給する。

【0036】なお、前記温度制御手段6は、前記樹脂供給路2への熱可塑性樹脂の供給開始時あるいはその直前から稼働させておき、前記原料流の平均温度が、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機5を出る時点まで、前記熱可塑性樹脂の軟化点以上の所定温度に維持されるように、熱可塑性樹脂流の温度調整や、乳化剤水溶液の温度調整、原料流の温度調整を行う。

【0037】また、前記圧力制御手段7も早目に稼働させ、前記熱可塑性樹脂流と乳化剤水溶液流との合流開始時点から前記回転型乳化機5を出る時点まで、原料中の水が沸騰しないように、流路内の圧力を加圧制御する。

【0038】そして、前記回転型乳化機5に供給された原料流は、先に図2および図3に示したように、固定子

52および回転子53に突設された破碎歯520、530間の原料挿通溝を通じてケース本体51の外周部の原料排出口56に流れるが、原料供給口54から原料排出口56まで流れる間に、前記回転子53の回転によって発生する高剪断力と高周波的圧力変動に晒されて、これらの高剪断力と高周波的圧力変動と乳化剤中の界面活性剤との相乗作用によって、原料流中の樹脂粒子が効果的に微粒子化されて乳化分散される。

【0039】そして、回転型乳化機5の原料排出口56から排出された高温高压の乳化分散液は、冷却手段8によって大気圧における水の沸点以下の適宜温度（通常、常温）まで冷却するとともに、圧力制御手段7によって大気圧に減圧し、前記乳化分散液貯留タンク9に貯蔵する。

【0040】前記製造装置1を使用した上記の水系乳化分散液の製造方法によれば、熱可塑性樹脂は、有機溶媒には溶かさず、加熱して粘度を低下させただけで乳化剤水溶液と混合して原料として、回転型乳化機5に供給し、該回転型乳化機5における剪断作用等で原料中の樹脂粒子を微粒子化して乳化状態とするため、装置コストや運転コストを増大させる要因となる有機溶媒回収装置が必要とならない。

【0041】しかも、回転型乳化機5に供給する原料は、前記温度制御手段6によって含有する熱可塑性樹脂の軟化点以上に平均温度が維持され、かつ、前記冷却手段8によって原料中の水が沸騰しないように圧力を高めた状態に保たれるなど、前記回転型乳化機5による乳化処理が効率良く作用するように原料の性状が管理されて、回転型乳化機5内で原料中の水の沸騰に起因するキャビテーション等の不都合の発生が防止されるため、回転型乳化機5の持つ乳化処理性能を十分に発揮させることができる。

【0042】そして、前記回転型乳化機5は、破碎歯520を環状に並べた破碎歯列521が同心円状に配列された構成をなす固定子52と、該固定子52の隣接する破碎歯列521間の環状溝に嵌合する破碎歯530を環状に並べた破碎歯列531が前記固定子52上の破碎歯列521の配列に対応して同心円状に配列されて回転駆動される回転子53とを具備した構成で、相対回転する固定子52および回転子53の多数の破碎歯520、530によって、樹脂粒子には高剪断力が作用すると同時に高周波的圧力変動が作用し、これらの高剪断力と高周波的圧力変動とのそれぞれが樹脂粒子の微粒子化に効果的に働き、固定子52と回転子53との間における原料の流れる間隙等を微細化しなくとも、十分に高度な微粒子化を実現させることが可能になる。そして、このことは、従来のホモジナイザー等の装置と比較して、同程度の微粒子化を行うなら、固定子52と回転子53の加工精度や組み付け精度を緩和させることができることを意味し、また、処理能力を向上させることができることを

意味する。また、前記固定子52や回転子53は、各破碎歯列521、531毎に独立したリング状部材を連結して一体化した構造とすれば、固定子52や回転子53を比較的に簡単かつ安価に大型化して処理量を増大させることができる。

【0043】したがって、前記水系乳化分散液の製造装置1を使用した上記の製造方法によれば、有機溶媒を使用せずに樹脂粒子を高度に微細化することができ、しかも、乳化機5その他の設備費や運転コストの低減に適すると同時に、処理量を増大させるための大型化にも比較的に容易に応じることが可能になり、高品位の水系乳化

実施例および比較例で使ったロジンの物性

軟化点	110～115℃								
密度	1.05g/cm ³ (180℃において)								
比熱	0.65kcal/kg℃ (180℃において)								
温度粘度特性	温度℃	130	140	150	160	170	180	190	200
	粘度cP	55000	21000	5300	1500	700	250	80	30

【0046】前記回転型乳化機5としては、口鉄鋳業製のキャビトンCD1010（商品名）を使用した。このキャビトンCD1010の仕様は、以下の通りである。前記固定子52は、図2および図3に示すように、破碎歯列521が同心円状に3列に形成されたもので、各破碎歯列521の外径が35～68mm、各破碎歯列521における原料挿通溝523の数が24～72、各破碎歯列521における原料挿通溝523の溝幅は2.0～0.6mmとなっている。一方、回転子53の方は、図2および図3に示すように、破碎歯列531が同心円状に4列に形成されたもので、各破碎歯列531の外径が35～74mm、各破碎歯列531における原料挿通溝533の数が12～72、各破碎歯列531における原料挿通溝533の溝幅は3.0～0.6mmとなっている。また、図2に示すように、固定子52と回転子53との間の軸方向の間隔S₁は0.6mm、半径方向の間隔S₂（即ち、破碎歯520、530間の間隔）は0.25mmである。また、原料供給口54と原料排出口56との配管口径は12mmである。前記回転子53は、回転数が11200rpm（回転子53の外周での周速が約40m/s）で運転した。

【0047】前記冷却手段8としては、容量50リットルの冷却水槽に20℃の工業用水を3リットル/minで溢流させ、該冷却水槽中に原料（乳化分散液）を流す可撓性金属管を沈めたものを用いた。前記冷却水槽中に沈めた可撓性金属管は、内径が12mmで、長さが3.5mである。

分散液を安価に量産することが可能になる。

【0044】本願発明者等は、上記の作用・効果を確認すべく、実験を行った。実験は、製紙工程で紙の内添材として使用されるロジンサイズ剤を製造することとした。ロジンサイズ剤は、樹木から採取される熱可塑性天然樹脂であるロジンを界面活性剤を含む乳化剤水溶液中に乳化分散させた水系乳化分散液である。本実験で使ったロジンの物性は、次の表1に示す如きである。

【0045】

【表1】

【0048】前記圧力制御手段7としては、前記回転型乳化機5（即ち、キャビトンCD1010）内の内圧が4kgf/cm²Gとなるように設定した。

【0049】また、前記樹脂ポンプ23としてはロータリーポンプを使用し、乳化剤ポンプ33としてはモノポンプを使用した。それぞれのポンプ23、33の吐出流量は、混合供給路4での原料流における熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液との混合比が、重量比で50：50になるように調整し、後述の表3に示すように、前記回転型乳化機5への原料供給量が120kg/h、200kg/h、300kg/hの3つの場合について、乳化分散液の製造を行った。前記乳化剤水溶液における界面活性剤の含有率は、重量で6%である。すなわち、原料流における熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液との重量混合比が50：50であるから、原料流中では、熱可塑性樹脂の重量の6%の割合で界面活性剤が混合されることになる。

【0050】記熱可塑性樹脂と乳化剤水溶液は、前記混合供給路4によって混合される直前の温度が、熱可塑性樹脂の場合は180℃、乳化剤水溶液の場合は95℃、そしてこれらを混合した原料流の平均温度が128℃になるように、初期加熱および前記温度制御手段6による加熱調整を行う。

【0051】次の表2は、以上に説明した熱可塑性樹脂としてのロジンと乳化剤水溶液との混合比率や、加熱温度をまとめたものである。

【0052】

【表2】

原料 区分	重量比率R %	比熱C kcal/kg℃	加熱温度t ℃	供給量W 一例kg/h	熱量Q kcal/h
ロジン	50	0.65	180	100	11700
乳化剤	50	1.00	95	100	9500
合 計	100	0.83	128	200	21200

【0053】以上の条件で実験を行うが、比較のため、前記圧力制御手段7を開放して前記回転型乳化機5の内圧を大気圧状態にする点以外は、全て上記の実験の条件と同一にして乳化分散液を製造する場合を比較例1、そして、前記回転型乳化機5の代りに既存がハレル型ホモジナイザーを使用し、それ以外の条件は上記の実験の条件と同一にして乳化分散液を製造する場合を比較例2として、ロジンサイズ剤の製造を試みた。なお、比較例2で使用するハレル型ホモジナイザーは、固定子と回転子との間隙が0.1mmで、上記の一実施例のものよりも狭い間隙のものを使用した。

乳化産物中の樹脂微粒子の平均粒径

平均粒径 d_s μm			
供給量 kg/h	実施例	比較例1	比較例2
120	0.25		
200	0.30	5.0	1.0
300	0.32		

【0056】表3からも明らかなように、実施例によれば、いずれの原料供給量においても、平均粒径が0.25～0.32 μm で、高度に微粒子化することができ、高品位の乳化分散液を安定して得ることができることが確認できた。これに対して、比較例1の場合は、回転型乳化機5内で水が沸騰して回転型乳化機5の乳化処理性能を十分に引き出すことができず、樹脂粒子が非常に粗くなってしまった。実施例における圧力制御手段7の圧力制御や温度制御手段6の温度制御が如何に重要であるかがわかる。また、比較例2においても、固定子と回転子との間の間隙が実施例で使用した回転型乳化機5よりも小さい高精度のホモジナイザーを使用したのにも拘らず、樹脂粒子の平均粒径は、実施例の3倍強の粗いものになってしまい、樹脂粒子を平均粒径が0.5 μm 以下に微粒子化することが望まれるロジンサイズ剤の製造等には、適切とは云えない。

【0057】なお、前述の比較例2からもわかるように、熱可塑性樹脂の粒子径を平均粒径で1 μm 程度に微細化すればよい場合には、前記回転型乳化機5の代りに、ホモジナイザー等の既存の乳化機を利用するようにしてもよい。その際にも、上記の実施例のように、圧力制御手段7による圧力制御と、温度制御手段6による温

【0054】実施例、比較例1、比較例2のそれぞれで、原料供給量を120kg/h、200kg/h、300kg/hの3つの場合について、ロジンサイズ剤の製造を試み、それぞれの場合について、製造処理の完了した乳化分散液中の樹脂微粒子を光散乱法による粒度測定機にかけて、平均粒径（通過分50%に相当する粒径）を計測した。次の表3は、その計測結果を示している。

【0055】

【表3】

度制御とを最適化することで、安定した粒度の乳化分散液を安価にかつ量産できるという本発明の効果を得ることができる。

【0058】

【発明の効果】本発明の熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造方法及び装置によれば、熱可塑性樹脂は、有機溶媒には溶かさず、加熱して粘度を低下させただけで乳化剤水溶液と混合して原料として、回転型乳化機に供給し、該回転型乳化機における剪断作用等で原料中の樹脂粒子を微粒子化して乳化状態とするため、装置コストや運転コストを増大させる要因となる有機溶媒回収装置が必要とならない。しかも、回転型乳化機に供給する原料は、含有する熱可塑性樹脂の軟化点以上に平均温度が維持され、かつ、原料中の水が沸騰しないように圧力を高めた状態に保たれるなど、前記回転型乳化機による乳化処理が効率良く作用するように原料の性状が管理されて、回転型乳化機内で原料中の水の沸騰に起因するキャビテーション等の不都合の発生が防止されるため、回転型乳化機の持つ乳化処理性能を十分に発揮させることができる。そして、前記回転型乳化機として、破碎歯を環状に並べた破碎歯列が同心円状に配列された構成をなす固定子と、該固定子の隣接する破碎歯列間の環状溝に嵌

合する破砕歯を環状に並べた破砕歯列が前記固定子上の破砕歯列の配列に対応して同心円状に配列されて回転駆動される回転子とを具備した構成の回転型乳化機を使用した場合には、相対回転する固定子および回転子の多数の破砕歯によって、樹脂粒子には高剪断力が作用すると同時に高周波的压力変動が作用し、これらの高剪断力と高周波的压力変動とのそれぞれが樹脂粒子の微粒子化に効果的に働き、固定子と回転子との間における原料の流れる間隙等を微細化しなくとも、十分に高度な微粒子化を実現させることが可能になる。そして、このことは、従来の装置と比較して、同程度の微粒子化を行うなら、固定子と回転子の加工精度や組み付け精度を緩和させることができることを意味し、また、処理能力を向上させることができることを意味する。また、前記固定子や回転子は、各破砕歯列毎に独立したリング状部材を連結して一体化した構造とすれば、固定子や回転子を比較的に簡単かつ安価に大型化して処理量を増大させることができる。したがって、上記構成の製造方法および装置によれば、有機溶媒を使用せずに樹脂粒子を高度に微細化することができ、しかも、乳化機その他の設備費や運転コストの低減に適すると同時に、処理量を増大させるための大型化にも比較的に容易に応じることが可能になり、高品位の水系乳化分散液を安価に量産することが可能になる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る熱可塑性樹脂の水系乳化分散液の製造装置の一実施例の概略構成図である。

【図2】本発明の一実施例に使用した回転型乳化機の縦

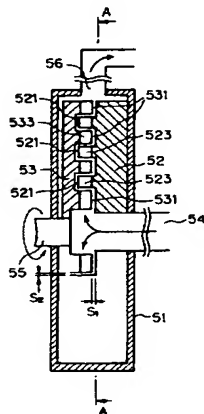
断面図である。

【図3】図2のA-A線に沿う断面図である。

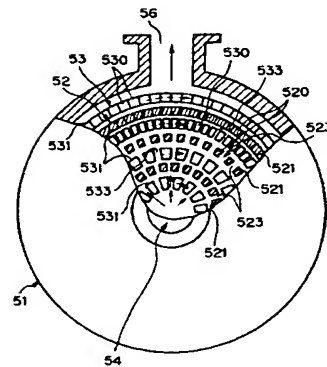
【符号の説明】

- 1 水系乳化分散液の製造装置
- 2 樹脂供給路
- 3 乳化剤水溶液供給路
- 4 混合供給路
- 5 回転型乳化機
- 6 温度制御手段
- 7 圧力制御手段
- 8 冷却手段
- 9 乳化分散液貯留タンク
- 21 熱可塑性樹脂
- 22 樹脂タンク
- 23 樹脂ポンプ
- 24 樹脂流量計
- 31 乳化剤水溶液
- 32 乳化剤タンク
- 33 乳化剤ポンプ
- 34 乳化剤流量計
- 51 ケース本体
- 52 固定子
- 53 回転子
- 61 熱媒貯留タンク
- 62 熱媒ポンプ
- 520, 530 破砕歯
- 521, 531 破砕歯列

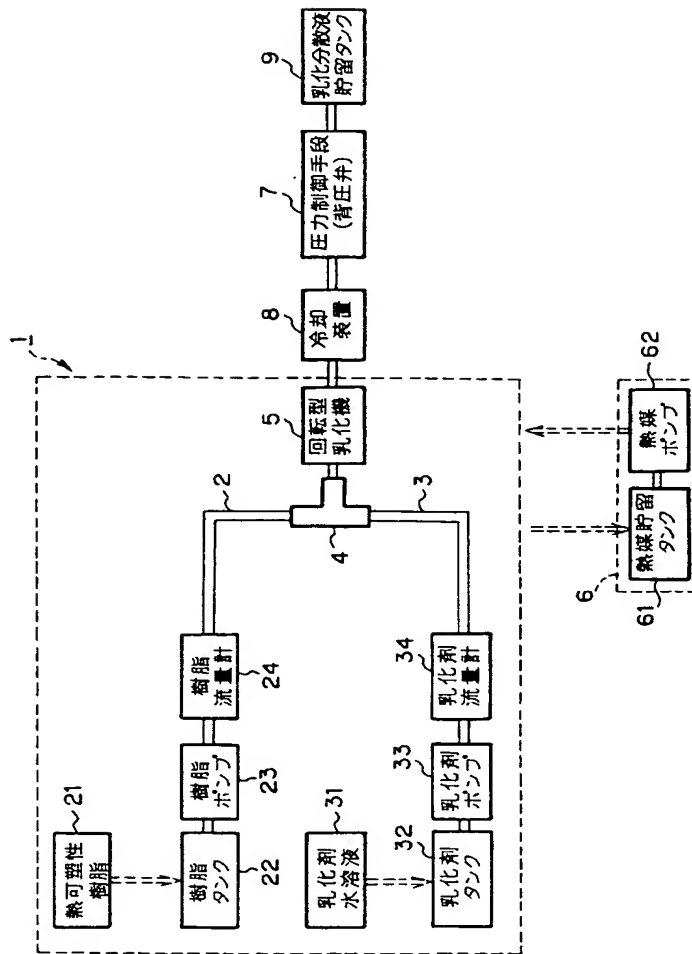
【図2】



【図3】



【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 門田 徳光
 東京都西多摩郡日の出町平井字欠下2番1
 号 日鉄鉱業株式会社内